

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-190223
 (43)Date of publication of application : 11.07.2000

(51)Int.Cl: B24B 57/02
 H01L 21/304

(21)Application number : 10-369447

(71)Applicant : FUJITSU LTD
 FUJITSU VLSI LTD

(22)Date of filing : 25.12.1998

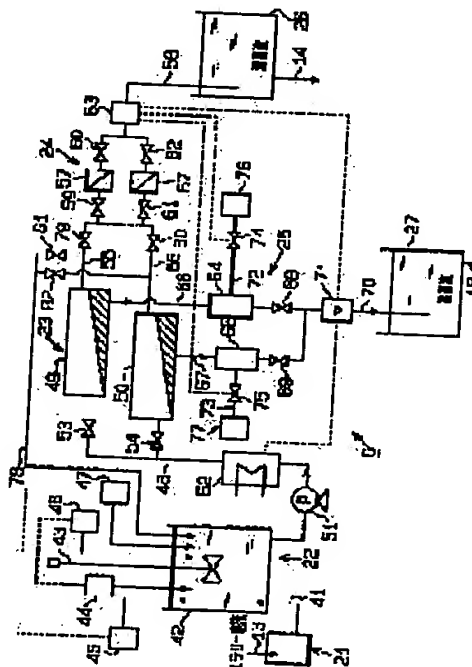
(72)Inventor : OSHIDA YU
 MATOBA TORU
 FUKUMIZU MASATAKA

(54) GRINDING WASTE LIQUID REUTILIZING METHOD AND ITS DEVICE IN SEMICONDUCTOR MANUFACTURING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce sludge produced from a grinding waste liquid, and reduce costs in semiconductor manufacturing, by regenerating and reutilizing the grinding waste liquid.

SOLUTION: A slurry waste liquid produced in a grinding device is fed to a crashing device 21. In the crashing device 21, coagulated particles are crashed. The slurry waste liquid after the crashing process is sent to a liquid quality adjusting device 22. In the liquid quality adjusting device 22, the specific gravity adjustment and the pH adjustment of the slurry waste liquid are carried out. The slurry waste liquid after the liquid quality adjustment is sent to concentrating film units 49 and 50, and divided into a concentrated liquid and a permeable liquid. The concentrated liquid is stored in a concentrating liquid tank 26 after roughly filtered by a microfilter 57. On the other hand, the permeable liquid is stored in reverse wash chambers 64 and 65, and then, stored in a permeable liquid tank 27. The concentration level control of the concentrating film units 49 and 50 is carried out by the temperature adjustment of a heat exchanger 52 depending on the flow rate measured by a flow meter 71. The concentrated liquid is used as a regenerated liquid, while the permeable liquid is used to dilute the stock solution in a new liquid preparing time.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-190223

(P2000-190223A)

(43) 公開日 平成12年7月11日 (2000.7.11)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード (参考)

B 2 4 B 57/02

B 2 4 B 57/02

3 C 0 4 7

H 0 1 L 21/304

6 2 2

H 0 1 L 21/304

6 2 2 E

審査請求 有 請求項の数40 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-369447

(22) 出願日 平成10年12月25日 (1998. 12. 25)

(71) 出願人 000005223

富士通株式会社

神奈川県川崎市中原区上小田中4丁目1番
1号

(71) 出願人 000237617

富士通ヴィエルエスアイ株式会社

愛知県春日井市高蔵寺町2丁目1844番2

(72) 発明者 押田 祐

愛知県春日井市高蔵寺町二丁目1844番2

富士通ヴィエルエスアイ株式会社内

(74) 代理人 100068755

弁理士 恩田 博宣

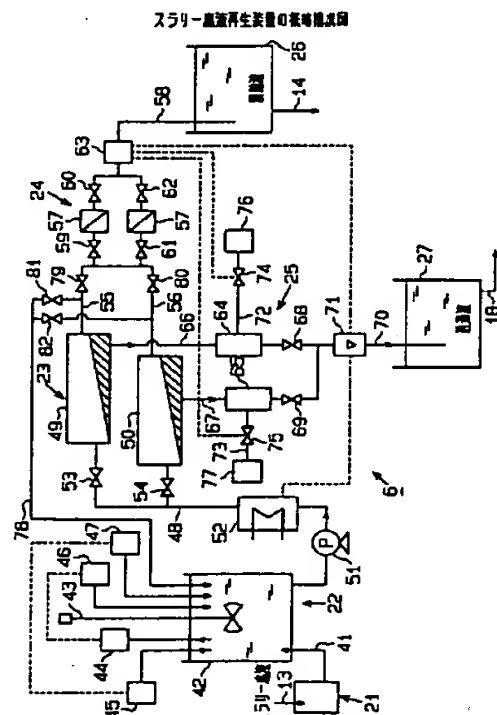
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体製造における研磨廃液再利用方法及び再利用装置

(57) 【要約】

【課題】 研磨廃液を再生して再利用し、研磨廃液から発生するスラッジの削減と半導体製造におけるコストダウンを図る。

【解決手段】 研磨装置で発生したスラリー廃液は破碎装置21に送られる。破碎装置21では液中の凝集粒子が破碎される。破碎処理後のスラリー廃液は液質調整装置22に送られる。液質調整装置22ではスラリー廃液の比重調整とpH調整とが行われる。液質調整処理後のスラリー廃液は濃縮膜ユニット49、50に送られ、濃縮液と透過液とに分離される。濃縮液はマイクロフィルタ57で粗濾過されてから濃縮液タンク26に貯められる。一方、透過液は逆洗チャンバ64、65に一部貯められた後に透過液タンク27に貯められる。濃縮膜ユニット49、50の濃縮度制御は、流量計71で計測された流量に基づいて熱交換器52の温度調整によって行われる。濃縮液は再生液として使用され、透過液は新液調製時の原液の希釈に使用される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体製造において使用される研磨装置から排出された研磨後のスラリー廃液を研磨液として再生する研磨廃液の再利用方法であって、研磨後のスラリー廃液中の砥粒の凝集粒子を破碎する破碎工程を備えた半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項2】 前記破碎工程では、ミル法と超音波振動法と加圧循環法とのうち少なくとも1つを用いる請求項1に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項3】 前記破碎工程では、前記スラリー廃液を攪拌することで破碎された粒子を液中に分散させる請求項1又は請求項2に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項4】 前記破碎工程後のスラリー廃液を濃縮する濃縮工程を備えた請求項1～請求項3のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項5】 前記濃縮工程では、前記スラリー廃液を濃縮膜を使って濃縮液と透過液とに分離する請求項4に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項6】 前記濃縮工程では、前記スラリー廃液を温度調整することで前記濃縮膜による濃縮処理での濃縮度を制御する請求項1～請求項5のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項7】 前記破碎工程と前記濃縮工程との間に、前記破碎工程後のスラリー廃液の液質を調整する液質調整工程を備えた請求項4～請求項6のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項8】 前記液質調整工程は、前記スラリー廃液中の砥粒濃度を調整する比重調整を備える請求項7に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項9】 前記液質調整工程は、前記スラリー廃液のpH調整を備える請求項7又は請求項8に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項10】 前記濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する請求項5～請求項9のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項11】 前記濃縮膜で分離された透過液を貯え、該透過液を用いて前記濃縮膜を逆洗する請求項5～請求項10のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項12】 前記逆洗をするために前記透過液の貯留室にガスバージするガスは、液を酸化させ難い不活性なガスである請求項11に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項13】 前記濃縮膜による濃縮処理経路を複数備える請求項5～請求項11のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項14】 前記複数の濃縮処理経路上にある前記各濃縮膜を時間をずらして逆洗する請求項13に記載の

半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項15】 前記濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する濾過経路を複数備える請求項10～請求項14のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項16】 前記濃縮膜における濃縮度を前記研磨装置に供給されるスラリー新液の調製濃度に匹敵する値に制御する請求項5～請求項15のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項17】 前記濃縮膜で分離された透過液を、スラリー新液を調製する際の希釈液として使用する請求項5～請求項16のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用方法。

【請求項18】 半導体製造において使用される研磨装置から排出された研磨後のスラリー廃液を研磨液として再生する研磨廃液の再利用装置であって、研磨後のスラリー廃液中の砥粒の凝集粒子を破碎する破碎装置を備える半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項19】 前記破碎装置は、ミルと超音波振動装置と加圧循環装置とのうち少なくとも1つを備える請求項18に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項20】 前記破碎装置は、スラリー廃液を攪拌して破碎された粒子を液中に分散させる攪拌手段を備える請求項18又は請求項19に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項21】 前記破碎装置で処理されたスラリー廃液を濃縮する濃縮装置を備える請求項18～請求項20のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項22】 前記濃縮装置は、前記スラリー廃液を濃縮する濃縮膜を備える濃縮膜処理装置である請求項21に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項23】 前記濃縮膜処理装置は、前記濃縮膜を通る前記スラリー廃液を温度調整器により予め温度調整することで濃縮度の制御を行う濃縮度制御手段を備える請求項22に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項24】 前記濃縮度制御手段は、前記濃縮膜で分離される液量の流量を検出する流量検出手段を備え、該流量検出手段の検出値に基づいて前記温度調整器の温度設定値を制御する請求項23に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項25】 前記破碎装置と前記濃縮装置との間には、前記破碎装置で処理されたスラリー廃液の液質を調整する液質調整装置を備える請求項21～請求項24のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項26】 前記液質調整装置は、前記スラリー廃

液の砥粒濃度を調整する比重調整手段を備える請求項 25 に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 27】 前記液質調整装置は、前記スラリー廃液の pH 調整をする pH 調整手段を備える請求項 25 又は請求項 26 に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 28】 前記濃縮膜処理装置の前記濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する濾過装置を備える請求項 22～請求項 27 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 29】 前記濃縮膜処理装置の前記濃縮膜で分離された透過液を一時貯めるチャンバを備え、該チャンバに貯めた該透過液を逆流させて前記濃縮膜を逆洗する逆洗装置を備える請求項 22～請求項 28 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 30】 前記逆洗装置は前記チャンバにガスバージするガスバージ手段を備え、該ガスバージ手段により用いられるガスは、液を酸化させ難い不活性なガスである請求項 29 に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 31】 前記濃縮膜処理装置は濃縮処理経路が複数となるように複数備えられる請求項 22～請求項 30 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 32】 前記逆洗装置が前記各濃縮膜処理装置毎に複数備えられる前記濃縮膜処理装置は濃縮処理経路が複数となるように複数備えられる請求項 28～請求項 31 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 33】 前記濾過装置は、前記濃縮膜処理装置で分離された濃縮液を粗濾過する濾過経路が複数となるように複数備えられる請求項 27～請求項 31 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 34】 前記濃縮膜処理装置は、前記濃縮液の濃縮度を前記研磨装置で直接使用可能な濃度となるように制御する請求項 22～請求項 33 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 35】 前記濃縮装置で濃縮されて最終的に再生された濃縮液をスラリー再生液として前記研磨装置に供給する循環供給路を備える請求項 21～請求項 34 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 36】 前記濃縮膜処理装置で分離された透過液を、希釈液として使用するため、スラリー新液を調製するスラリー供給装置に供給する透過液供給路を備える請求項 22～請求項 35 のいずれか一項に記載の半導体製造における研磨廃液再利用装置。

【請求項 37】 請求項 19 又は請求項 20 に記載の破碎装置。

【請求項 38】 請求項 22 又は請求項 24 に記載の濃縮膜処理装置。

【請求項 39】 請求項 26 又は請求項 27 に記載の液質調整装置。

【請求項 40】 請求項 29、30、32 のいずれか一項に記載の逆洗装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は半導体などの製造工程に使用された研磨液等の廃液を再び研磨液に再利用する研磨廃液の再利用方法及び再利用装置に関するものである。

【0002】近年、半導体製造工程で、ウェハ表面の平坦化加工に化学的機械研磨装置（以下、単に CMP 装置という）の採用が進んでおり、製造される製品の製造量に比例して多量のスラリー研磨液が使用される。研磨後の使用量は製造コストに影響することから、製造工程から排出されるウェハ研磨後の研磨廃液を効率良く再利用することが要求されている。

【0003】

【従来の技術】従来、半導体製造工程において、様々な廃液が排出されており、例えばウェハの表面を平坦化する場合、市販の約 25 重量% (wt%) の研磨原液を約 13 wt% まで純水で希釈して使用している。使用後の研磨液は研磨装置内で更に希釈されて、廃液の際にはその濃度は例えば約 0.1～0.2 wt% になる。また、回収された研磨廃液中にはウェハ上から削り取られた膜、研磨装置の研磨テーブル（パッド等）から発生した不純物が含まれている。そして、一般には回収された研磨廃液は中和処理された後に廃棄されるか、排水処理されてスラッジとなって産業廃棄物処理業者に引き渡されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、研磨廃液（スラリー廃液）中には、砥粒の微粒子が凝集肥大化しているものの、砥粒の一粒ずつの粒径としては研磨前とほとんど変わらず、研磨可能な大きさのまま残っている。また、ウェハの平坦化加工に使用される研磨液はウェハの加工コストのかなりの部分を占めているが、研磨廃液は再利用されることなく廃棄されていた。つまり、使用可能な砥粒が残っているにも拘わらず、再利用されることができず捨てられていたため、研磨廃液を再利用することができれば、半導体製造コストを低減でき、そのために研磨廃液の再利用を図ることが要求されていた。また、産業廃棄物処理業者に引き渡されているスラッジの廃棄コストも、半導体製造コストを押し上げる原因の一つとなっていた。

【0005】本発明は上記問題点を解決するためになされたものであって、その目的は、研磨廃液を再生して再利用することができ、これによって研磨廃液から発生す

るスラッジの削減と半導体製造におけるコストダウンを図ることができる半導体製造における研磨廃液再利用方法及び再利用装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、請求項1～3に記載の発明は、半導体製造において使用される研磨装置から排出された研磨後のスラリー廃液中の砥粒の凝集粒子は破碎工程で破碎される。破碎工程では、ミル法と超音波振動法と加圧循環法とのうち少なくとも1つを用いる。また、破碎工程では、スラリー廃液を攪拌することで破碎された粒子を液中に分散させる。

【0007】請求項4～6に記載の発明は、請求項1の発明に加え、前記破碎工程後のスラリー廃液は濃縮工程で濃縮される。濃縮工程では、例えば濃縮膜を使ってスラリー廃液を濃縮液と透過液とに分離する。また、この場合、濃縮工程では、スラリー廃液を温度調整することで濃縮膜による濃縮処理での濃縮度を制御する。

【0008】請求項7～9に記載の発明は、請求項4～6の発明に加え、破碎工程と濃縮工程との間の液質調整工程では、破碎工程後のスラリー廃液の液質を調整する。液質調整工程は、前記スラリー廃液中の砥粒濃度を調整する比重調整を含む。比重調整によって濃縮液を所望する濃縮度に制御し易い。また、液質調整工程は、スラリー廃液のpH調整を含む。pH調整によって残った凝集粒子が崩れ易く、また砥粒の分散性が高まる。

【0009】請求項10記載の発明は、請求項5～9の発明に加え、前記濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する。濃縮液中から大径粒子が除去され、研磨に再利用するときに半導体などの被研磨物に傷が付き難い。

【0010】請求項11、12記載の発明は、請求項5～10の発明に加え、前記濃縮膜で分離された透過液を貯え、該透過液を用いて濃縮膜を逆洗する。また、逆洗をするために透過液の貯留室にガスバージするガスは、液を酸化させ難い不活性なガスとする。不活性なガスを用いることで、液の酸化を防ぐ。

【0011】請求項13～15に記載の発明は、請求項5～11の発明に加え、前記濃縮膜による濃縮処理経路を複数備える。また、複数の濃縮処理経路上にある各濃縮膜を時間をずらして逆洗する。濃縮処理経路上にある各濃縮膜を別々に洗浄（逆洗）することで、濃縮処理の連続運転が可能となる。さらに濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する濾過経路を複数備える。このため、粗濾過用フィルタの交換の際にも粗濾過処理の連続運転が可能となる。

【0012】請求項16に記載の発明は、請求項4～15の発明に加え、前記濃縮膜における濃縮度を前記研磨装置に供給されるスラリー新液の調製濃度に匹敵する値に制御する。濃縮処理を最低限の濃縮度で済ませられる。また、濃縮液を再利用するまでに濃度調整をする必

要がなく、濃縮液をそのまま研磨装置で使用可能である。

【0013】請求項17に記載の発明は、請求項5～16の発明に加え、前記濃縮膜で分離された透過液を、スラリー新液を調製する際の希釈液として使用する。特にpH調整されているときには、スラリー新液中の砥粒の分散性がよい。

【0014】請求項18～36に記載の発明は、請求項1～17に記載の研磨廃液の再利用方法の発明を実施するための再利用装置の発明である。まず請求項18～20に記載の発明では、研磨廃液の再利用装置において、研磨後のスラリー廃液中の砥粒の凝集粒子を破碎する破碎装置を備える。前記破碎装置は、ミルと超音波振動装置と加圧循環装置とのうち少なくとも1つを備える。また、前記破碎装置は、スラリー廃液を攪拌して破碎された粒子を液中に分散させる攪拌手段を備える。

【0015】請求項21～24に記載の発明では、請求項18～20のいずれか一項の発明において、前記破碎装置で処理されたスラリー廃液を濃縮する濃縮装置を備える。前記濃縮装置は、前記スラリー廃液を濃縮する濃縮膜を備える濃縮膜処理装置である。また、前記濃縮膜処理装置は、前記濃縮膜を通る前記スラリー廃液を温度調整器により予め温度調整することで濃縮度の制御を行う濃縮度制御手段を備える。さらに前記濃縮度制御手段は、前記濃縮膜で分離される液量の流量を検出する流量検出手段を備え、該流量検出手段の検出値に基づいて前記温度調整器の温度設定値を制御する。

【0016】請求項25～27に記載の発明では、請求項21～請求項24のいずれか一項の発明において、前記破碎装置と前記濃縮装置との間には、前記破碎装置で処理されたスラリー廃液の液質を調整する液質調整装置を備える。前記液質調整装置は、前記スラリー廃液の砥粒濃度を調整する比重調整手段を備える。前記液質調整装置は、前記スラリー廃液のpH調整をするpH調整手段を備える。

【0017】請求項28に記載の発明では、請求項22～請求項27のいずれかの発明において、前記濃縮膜処理装置の前記濃縮膜で分離された濃縮液を粗濾過する濾過装置を備える。

【0018】請求項29、30に記載の発明では、請求項22～請求項28のいずれか一項の発明において、前記濃縮膜処理装置の前記濃縮膜で分離された透過液を一時貯めるチャンバを備え、該チャンバに貯めた該透過液を逆流させて前記濃縮膜を逆洗する逆洗装置を備える。前記逆洗装置は前記チャンバにガスバージするガスバージ手段を備え、該ガスバージ手段により用いられるガスは、酸素に対して不活性なガスである。

【0019】請求項31に記載の発明では、請求項22～請求項30のいずれか一項の発明において、前記濃縮膜処理装置は濃縮処理経路が複数となるように複数備え

られる。

【0020】請求項32に記載の発明では、請求項28～請求項31のいずれか一項の発明において、前記逆洗装置が前記各濃縮膜処理装置毎に複数備えられる。請求項33に記載の発明では、請求項27～請求項31のいずれか一項の発明において、前記濾過装置は、前記濃縮膜処理装置で分離された濃縮液を粗濾過する濾過経路が複数となるように複数備えられる。

【0021】請求項34に記載の発明では、請求項22～請求項33のいずれか一項の発明において、前記濃縮膜処理装置は、前記濃縮液の濃縮度を前記研磨装置で直接使用可能な濃度となるように制御する。この場合、最低限の濃縮度で済む。

【0022】請求項35に記載の発明では、請求項21～請求項34のいずれか一項の発明において、前記濃縮装置で濃縮されて最終的に再生された濃縮液をスラリー再生液として前記研磨装置に供給する循環供給路を備える。研磨装置から排出されたスラリー廃液を再生したスラリー再生液が再び研磨装置に供給される循環が行われる。

【0023】請求項36に記載の発明では、請求項22～請求項35のいずれか一項の発明において、前記濃縮膜処理装置で分離された透過液を、希釈液として使用するため、スラリー新液を調製するスラリー供給装置に供給する透過液供給路を備える。

【0024】請求項37～40に記載の発明は、再利用装置に使用される装置の発明であり、請求項37に記載の発明は、請求項19又は請求項20に記載の破碎装置、請求項38に記載の発明は、請求項22又は請求項24に記載の濃縮膜処理装置、請求項39に記載の発明は、請求項26又は請求項27に記載の液質調整装置、そして請求項40に記載の発明は、請求項29、30、32のいずれか一項に記載の逆洗装置である。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、本発明を具体化した一実施形態を図1～図3に従って説明する。図3は、研磨廃液再生プラントの概略構成図である。

【0026】再利用装置としての研磨廃液再生プラント（以下、単にプラントという）1は、複数台（例えば3台）の研磨装置2へ研磨液を供給する供給システムと、各研磨装置2から排出された研磨廃液（スラリー廃液）を再生する再生システムとを併せ持つ循環システムを構築している。プラント1は、原液ドラム3が収容された原液ドラムキャビネット4と、スラリー供給装置5と、スラリー廃液再生装置6とを備える。研磨装置2は化学的機械研磨装置（CMP装置）であり、例えば半導体ウェハ（以下、単にウェハという）上に形成されたアルミ等の金属層又は酸化膜を研磨するのに使用される。

【0027】原液ドラム3には砥粒（例えばアルミナ微粒子）を含む原液が蓄えられている。原液の濃度は例え

ば約25wt%である。原液ドラム3は管路7によってスラリー供給装置5に接続されるとともに、管路8によってスラリー廃液再生装置6に接続されている。各管路7、8上に設けられた弁9、10を開くことによって、原液が各装置5、6へ供給されるようになっている。

【0028】スラリー供給装置5は、混合タンクを備え、原液ドラム3から供給された所定量の原液を混合タンクで希釈・混合してスラリー液を調製する。スラリー供給装置5には、希釈に使用する純水（DIW（ディイワ「ド・ウォーター」））が供給されるようになっている。調製後のスラリー液の濃度は例えば約13wt%である。また、混合タンクは2つ設けられ、例えば2つの混合タンクが交互に使用される。スラリー供給装置5で調製されたスラリー液は、スラリー供給装置5と各研磨装置2とを接続する供給管路11上に設けられた弁12が開かれることで供給管路11を通じて各研磨装置2に供給されるようになっている。各研磨装置2へのスラリー液の供給量は弁12の開度によって調製される。

【0029】各研磨装置2では、回転するテーブルの研磨パッド上にスラリー液が供給されつつ、その研磨パッド上にウェハの被研磨面が所定の力で押圧され、ウェハの研磨が行われる。研磨に使用されたスラリー液は、テーブル回りに砥粒による詰まりを防ぐために流し出されている水で希釈された後にスラリー廃液として排出される。スラリー廃液の濃度は例えば約0.1～0.2wt%である。スラリー廃液は各研磨装置2から排出管路13を通してスラリー廃液再生装置6に排出される。

【0030】スラリー廃液再生装置6は、スラリー廃液を再生するための装置であって、スラリー廃液を、スラリー液と同じ規定濃度まで濃縮したスラリー再生濃縮液（以下、スラリー再生液という）と、透過液とに分離する。スラリー再生液は、スラリー廃液再生装置6から循環供給路としての循環管路14を通じて供給管路11に合流し、各研磨装置2に再生循環されながら供給されるようになっている。循環管路14は途中で分岐してスラリー供給装置5にも繋がっている。スラリー再生液は、循環管路14上に設けられた弁15、16が開弁されることによって各研磨装置2に供給され、弁17が開弁されることによってスラリー供給装置5に供給される。つまり弁15～17の開弁を選択することにより、研磨装置2とスラリー供給装置5との間でスラリー再生液の供給先の切換えが可能となっている。また、透過液は、スラリー供給装置5に透過液供給路としての管路18を通じて供給されるようになっており、スラリー供給装置5においてスラリー液を調製する際の前液の希釈に使用される。なお、各弁9、10、12、15～17は、図示しない制御装置によって開閉制御される。

【0031】次に、スラリー廃液再生装置6の構造を詳述する。図2はスラリー廃液再生装置6を示す概略構成

図である。スラリー廃液再生装置6は、破碎装置21、液質調整装置22、濃縮装置23、粗濾過装置24、逆洗装置25、濃縮液タンク26および透過液タンク27を備える。

【0032】破碎装置21は、各研磨装置2から供給されたスラリー廃液中の凝集肥大化した凝集粒子を破碎するための装置である。図3は破碎装置21を示す概略構成図である。破碎装置21は、破碎室31を有する破碎タンク32を備える。破碎タンク32には、ミル33と、攪拌手段としての攪拌器34と、超音波発振板35が設けられ、破碎室31に接続された循環パイプ36上には加圧ポンプ37が設けられている。超音波発振器38は破碎室31内の超音波発振板35を高周波振動させる。なお、循環パイプ36および加圧ポンプ37により加圧循環装置が構成され、超音波発振板35および超音波発振器38により超音波振動装置が構成される。

【0033】排出管路13からのスラリー廃液はまず注入口39からミル33に注入される。ミル33はスラリー廃液中の凝集粒子を破碎する。攪拌器34は破碎室31に溜められたスラリー廃液を攪拌する。超音波発振器38は超音波発振板35を超音波振動させることでスラリー廃液中の凝集粒子を破碎・分散させる。加圧ポンプ37は循環パイプ36を通じて破碎室31内のスラリー廃液中にスラリー廃液を勢いよく噴き込み、スラリー廃液を破碎室31の内壁に当てることで凝集粒子の破碎を図る。

【0034】ミル33と加圧ポンプ37と超音波発振器38は常に3つ使う必要はなく、3つのうちから使用するものを必要に応じて選択する。特に加圧ポンプ37による加圧循環破碎法と、超音波発振器38による超音波振動破碎法との併用が効果的である。破碎処理後のスラリー廃液は、破碎タンク32の排出口40から管路41を通して次の工程である液質調整装置22の原料タンク42（図2を参照）へ排出される。なお、循環パイプ36と加圧ポンプ37とにより加圧循環ポンプが構成される。

【0035】図2に示すように、液質調整装置22は、破碎装置21で破碎されたスラリー廃液の液質を調整するための装置である。液質調整処理は、その後の工程である濃縮装置23での濃縮処理を効率よく行うための前処理で、比重調整処理とpH調整処理とからなる。液質調整装置22は、原料タンク42、攪拌器43、濃度比重計44、pH計45、比重コントローラ46およびpHコントローラ47を備える。2つの処理は攪拌器43によってスラリー廃液を攪拌しながら行われる。

【0036】比重調整処理は、濃度比重計44と比重コントローラ46を用いて行われる。原料タンク42中のスラリー廃液の比重を濃度比重計44により計測し、比重コントローラ46はその比重の計測値に基づいてスラリー廃液の比重（つまり濃度）が規定値に達しているか

否かを判断し、規定値に達していない場合は、スラリー新液またはスラリー再生液を加えてスラリー廃液の比重（濃度）をコントロールする。つまり、スラリー再生液が所望する濃度で得られるようにある程度の濃度値に予め調整する。なお、比重調整手段は、濃度比重計44および比重コントローラ46により構成される。

【0037】pH調整処理は、pH計45とpHコントローラ47を用いて行われる。原料タンク42中のスラリー廃液のpH値をpH計45により測定し、pHコントローラ47はそのpH値に基づいてスラリー廃液のpH値が規定値に達しているか否かを判断し、規定値に達していない場合は、アルカリ液又は酸を加えてスラリー廃液のpHをコントロールする。研磨装置2から排出されるときのスラリー廃液のpH値は約pH9であり、これを約pH10.5の規定値に調整する。スラリー廃液のpH値を規定値まで上げることで、破碎し切れなかった凝集粒子が崩れやすくなり、またスラリー廃液中の粒子（砥粒）の分散性が高まる。なお、pH調整手段は、pH計45およびpHコントローラ47により構成される。

【0038】原料タンク42は、管路48を通じて二機の濃縮膜処理装置としての濃縮膜ユニット49、50に接続されている。管路48の途中にはポンプ51と温度調整器としての熱交換器52とが設けられている。ポンプ51によって原料タンク42内のスラリー廃液が管路48を通して各濃縮膜ユニット49、50へ吐出される。また、各濃縮膜ユニット49、50に送られる前に予め熱交換器52によってスラリー廃液の温度調整がなされる。管路48上に設けられた弁53、54によって各濃縮膜ユニット49、50へのスラリー廃液の供給が制御される。

【0039】濃縮膜ユニット49、50は、液質調整装置22による液質調整処理後のスラリー廃液を、濃縮液と透過液とに分離する濃縮処理をするための装置である。濃縮膜ユニット49、50で分離された濃縮液は管路55、56から排出され、その排出経路の途中に設けられた濾過装置としてのマイクロフィルタ57で粗濾過されてから排出管路58を通して濃縮液タンク26に排出されるようになっている。マイクロフィルタ57は2つ設けられ、弁59～62によってどちらか一方を選択可能となっている。排出管路58上には流量コントローラ63が設けられ、流量コントローラ63によって濃縮液の流量が管理される。また、マイクロフィルタ57による粗濾過によって濃縮液中の破碎し切れなかった粒子等が取り除かれるため、濃縮液タンク26に溜まる濃縮液をスラリー再生液として使用したときにウェハを傷つけることがない。濃縮液タンク26に排出される濃縮液は研磨装置2で使用されるときに濃度に調整されたものとなっており、そのままスラリー再生液として使用される。

【0040】逆洗装置25は、濃縮膜ユニット49、50で分離された透過液を一時蓄えるための2つの逆洗チャンバ64、65を備え、逆洗チャンバ64、65に蓄えられた透過液を利用して濃縮膜ユニット49、50が有する各濃縮膜を洗浄するための装置である。濃縮膜ユニット49で分離された透過液は管路66を通じて逆洗チャンバ64に蓄えられ、濃縮膜ユニット50で分離された透過液は管路67を通じて逆洗チャンバ65に蓄えられる。各管路66、67上には各逆洗チャンバ64、65の下流側に弁68、69が設けられ、逆洗チャンバ64、65に透過液を蓄えるときに各弁68、69が開弁される。透過液は各弁68、69が開弁されているときに排出管路70を通して透過液タンク27に排出される。

【0041】透過液の流量は排出管路70上に設けられた流量検出手段としての流量計71によって計測されるようになっている。流量コントローラ63は流量計71によって計測された透過液の流量値を管理し、その流量値に基づいて熱交換器52の温調制御を行う。スラリー廃液の温度を上げると濃縮膜を透過する線速が上昇し、スラリー廃液の温度を下げると濃縮膜を透過する線速が下降する。流量コントローラ63は、透過液の流量が規定値を維持するように熱交換器52の温調制御をし、例えば規定値を維持し切れなくなると濃縮膜の洗浄時期（逆洗時期）であると判断する。なお、濃縮度制御手段は、熱交換器52、流量コントローラ63および流量計71により構成される。

【0042】各逆洗チャンバ64、65は管路72、73を通じてガスバージ手段としてのガスバージ装置76、77と接続されており、管路72、73上に設けられた制御弁74、75が開弁されることにより、ガスバージ装置76、77から高圧な不活性なガス（窒素またはアルゴン）が逆洗チャンバ64、65に送り込まれるようになっている。逆洗チャンバ64、65内にガスが送り込まれることによって、逆洗チャンバ64、65内の透過液は管路66、67を逆流して濃縮膜ユニット49、50内の濃縮膜に強く噴き出し、濃縮膜が洗浄される。管路55、56には原料タンク42と繋がる戻り管路78が接続されており、濃縮膜ユニット49、50の濃縮膜の逆洗をするときは、その濃縮膜ユニット49、50の上流側に位置する弁53、54と、その下流側に位置する管路55、56上の弁79、80を開弁するとともに、戻り管路78上の弁81、82を開弁して行われる。よって、逆洗に使用された透過液は戻り管路78を通して原料タンク42に戻される。なお、濃縮膜ユニット49、50の洗浄膜の逆洗は1機ずつ行われる。

【0043】濃縮液タンク26の濃縮液は循環管路14から排出され、研磨装置2またはスラリー供給装置5に供給される。また、透過液タンク27の透過液は管路18から排出され、スラリー供給装置5に供給される。な

お、濃縮装置23は、濃縮膜ユニット49、50と、その濃縮度を制御するために使用される熱交換器52、流量コントローラ63および流量計71等によって構成される。また、逆洗装置25は、逆洗チャンバ64、65、制御弁74、75およびガスバージ装置76、77等から構成される。

【0044】次にプラント1の運転を説明する。各研磨装置2で研磨に使用されて排出されたスラリー廃液は、破碎装置21の破碎室31に注入される。スラリー廃液中には砥粒の一粒ずつが凝集して肥大化した凝集粒子が存在する。この凝集粒子の大きさは直径で約500nm程度であり、新液のときの粒子（砥粒）の直径が約100nmであるため、約125個分の粒子が凝集していることになる。この凝集粒子にはウェハから削り取られた各種の膜片、研磨パッドからの剥離物等の不純物が混入している可能性があるが、砥粒の量に比較すると無視できるほどの量である。

【0045】凝集粒子を含むスラリー廃液は、図3における注入口39から破碎室31に受け入れられる。破碎室31に受け入れられたスラリー廃液中の凝集粒子はミル33で破碎される。ミル33による破碎処理後のスラリー廃液中に残る凝集粒子は、超音波発振器38の作動により超音波発振板35から発振される超音波振動によって破碎・分散される。さらに加圧ポンプ37の作動によってスラリー廃液が循環パイプ36を通して加圧循環され、凝集粒子が破碎室31の内壁に当たることでその破碎が進行する。なお、ミル33と加圧ポンプ37と超音波発振器38を3つ常に作動させる必要はなく、効果的な2つの組合せのみでの使用であってもよい。

【0046】ここで、破碎された粒子は、攪拌器34による攪拌によってスラリー廃液中に均一に浮遊拡散（分散）され、排出口40から排出される。排出口40から排出されたスラリー廃液は、管路41を通して図2における原料タンク42に送られる。

【0047】原料タンク42内のスラリー廃液は、濃度比重計44およびpH計45でその比重およびpHが測定され、その測定結果に基づいて比重コントローラ46およびpHコントローラ47により液質が制御される。この液質が制御されたスラリー廃液は、ポンプ51によって熱交換器52を経由して各濃縮膜ユニット49、50に供給される。

【0048】各濃縮膜ユニット49、50に供給されたスラリー廃液は、濃縮膜によって透過液と濃縮液とに分離される。濃縮液は管路55、56からマイクロフィルタ57に送られて粗濾過された後、流量コントローラ63を経由して排出管路58から排出され、濃縮液タンク26に溜められる。また、透過液は管路66、67を通じて逆洗チャンバ64、65に一旦蓄えられ、その後、逆洗チャンバ64、65から流量計71で流量を計測しながら排出されて透過液タンク27に溜められる。

【0049】逆洗チャンバ64, 65に溜められた透過液は、濃縮膜ユニット49, 50の濃縮膜の洗浄に使用される。図2において濃縮膜ユニット49の濃縮膜の洗浄は、弁53, 79を閉じ、弁81を開いたうえで、制御弁74を開弁してガスバージ装置76から窒素などの不活性なガスを逆洗チャンバ64に吹き込む。このガスバージ装置76からの窒素ガスの吹き込み時間は、逆洗チャンバ64内の透過液が全て無くなるまで行われる。同様に濃縮膜ユニット50の濃縮膜の洗浄も逆洗チャンバ65に溜められた透過液を使用し、ガスバージ装置77を用いて同様に行われる。濃縮膜ユニット49, 50は二機同時に使用される。濃縮膜ユニット49, 50のうち一方の濃縮膜の洗浄(逆洗)が行われているとき、他方の濃縮膜を使用して濃縮作業が行われるため、濃縮作業は途切れることがない。すなわち、二機の濃縮膜ユニット49, 50によって連続運転が可能となる。また、マイクロフィルタ57も2つ設けられ、交換作業の際は他方のものを使用することによって、濃縮作業が途切れることがなく連続運転が可能となる。

【0050】図1において濃縮液タンク26に溜められる濃縮液の濃度は、スラリー廃液の温度を熱交換器52で変化させ、濃縮膜ユニット49, 50の各濃縮膜をスラリー廃液が通過するときの線速を制御することによって調整される。濃縮液の濃度を高くするには、熱交換器52の温度設定を上げて濃縮膜を通過する液の線速を上げる。また、濃縮液の濃度を低くするには、熱交換器52の設定温度を下げて濃縮膜を通過する液の線速を下げる。この線速は、流量計71で計測される透過液の流量を基に、流量コントローラ63により制御される。そして、透過液タンク27に溜められた透過液は、スラリー供給装置5において、スラリー新液を調製するときの原液の希釈に利用される。

【0051】以上記述したように、本実施の形態によれば、以下の効果を奏する。

(1) 半導体ウェハの研磨に使用されたスラリー廃液を破碎工程によって、その廃液中の凝集粒子を破碎し、その後、濃縮液と透過液とに分離し、濃縮液をスラリー再生液として半導体ウェハの研磨に再利用するので、研磨原液の使用量を大幅に低減できるとともにスラッジの発生量を低減できる。このため、LSIなどの半導体装置の製造コストを低く抑えることができる。

【0052】(2) スラリー廃液中の凝集粒子を破碎する破碎工程を取り入れたので、再生液中の砥粒をスラリー新液中の単一粒子と同等の粒径に復元できる。

(3) ミル33によって破碎するので、凝集粒子の破碎効果が高い。また、ミル33に加え、加圧ポンプ37による加圧循環処理、超音波発振器38を使用した超音波振動処理を併用するので、凝集粒子をより確実に破碎させることができる。

【0053】(4) 研磨廃液中のスラリー廃液の濃度

(比重)が異なっても、予め比重調整するので、所望する一定濃度の濃縮液を得ることができる。また、予めpH調整をするので、破碎工程で破碎し切れなかった凝集粒子を崩れ易くし、濃縮膜ユニット49, 50に送られる過程で残存する凝集粒子を少しでもばらばらに崩すことができ、また液中の砥粒の分散性を高めることができる。

【0054】(5) 攪拌器34によって攪拌するので、破碎した粒子を液中に均一に分散させることができる。

(6) 濃縮膜で分離した濃縮液をマイクロフィルタ57によって粗濾過するので、スラリー再生液を使って研磨するときに半導体ウェハなどを傷つけ難い。

【0055】(7) 透過液を原液の希釈に利用したので、砥粒の分散性の高いスラリー新液を供給できる。また、透過液をチャンバ64, 65に貯めておき、濃縮膜を汚染が激しくなった所定期間に逆洗するので、濃縮膜の洗浄が簡単で済む。よって、透過液を有効利用できる。

【0056】(8) 濃縮処理で分離される透過液の流量を流量計71により検出し、流量コントローラ63によってその流量値に基づいて熱交換器52の設定温度を制御して濃縮処理前のスラリー廃液の温度調整をし、濃縮処理の線速を制御するので、所望する一定濃度の濃縮液を得ることができる。

【0057】(9) 濃縮膜ユニット49, 50を複数(2つ)用意するとともに、各濃縮膜ユニット49, 50毎に逆洗チャンバ64, 65を個々に用意したので、濃縮膜ユニット49, 50のうち一方の濃縮膜を洗浄中にも、他方を使用することで再生処理を停止させることなく連続運転させることができる。

【0058】(10) マイクロフィルタ57を2つ設けたので、マイクロフィルタの交換の際にも他方を使用することで、再生処理を連続運転させることができる。

(11) 研磨装置2で使用されるときに濃度と同じ濃度の濃縮液が得られるように制御するので、濃縮液をそのままスラリー再生液として研磨装置2に供給でき、また濃縮処理における濃縮度を最低限の値で済ますことができる。

【0059】(12) 最終的に再生された濃縮液を循環管路14により研磨装置2に供給できるようにしたので、全自動で再生供給循環システムを構築できる。なお、前記実施形態は、上記に限定されず以下の態様で実施してもよい。

【0060】○ 破碎装置はミル法、超音波振動法、加圧循環法の3つを兼ね備える必要はない。ミル33、超音波発振装置35, 38、加圧循環装置36, 37のうち少なくとも1つ備えていればよい。また、これら3つのうち任意の2つを備えたものであってもよい。例えば超音波発振装置と加圧循環装置を併設する構成でもよい。

【0061】○ 破碎工程において分散剤を使用し、凝集粒子の破碎を促進させるようにしてもよい。

○ 濃縮処理は濃縮液と透過液との分離法に限定されない。例えば水分を蒸発させて濃縮してもよい。また、分離法の場合、濃縮膜を使用する方法に限定されない。例えば円心分離法を用いてもよい。また、凝集分離（沈殿など）させ、上清み液を取り除くことで濃縮液を得る方法を採用することもできる。

【0062】○ 濃縮液を研磨装置2で使用される濃度より高濃度としてもよい。例えば濃縮液をスラリー供給装置に供給し、スラリー供給装置において透過液を使用するなどしてその濃縮液を希釈してスラリー再生液として使用する方法を採ってもよい。

【0063】○ 砥粒の粒径管理をする処理を入れてもよい。再利用回数が多くなってある値未満の粒径の砥粒についてはスラッジとして廃棄する処理を入れてもよい。この構成によれば、スラリー液の研磨能力をいつまでも高く維持できる。

【0064】○ 逆洗を行う時期を一定回数の濃縮処理をする度としてもよい。例えば濃縮処理回数を計数し、その計数値が予め設定された設定値に到達すると、逆洗処理を実行する。また、作業者が濃縮膜の汚染度を管理し、計器などの値から洗浄すべき時期と判断したときに人為操作によって逆洗処理を行うこともできる。

【0065】○ 濃縮膜ユニットは2台に限定されない。3台以上であってもよい。もちろん、洗浄時の連続運転ができなくなるが1台であってもよい。

○ マイクロフィルタは2つに限定されない。3つ以上であってもよい。もちろん、マイクロフィルタの交換時の連続運転ができなくなるが1つであってもよい。

【0066】○ スラリー液（研磨液）中の砥粒はアルミナに限定されない。その他の材料でもよい。例えばコロidalシリカやダイヤモンドが砥粒であってもよい。○ 循環供給システムを構築せず、濃縮液タンクの濃縮液を供給用タンクに移し替えてから研磨装置に供給する方法を採ることもできる。

【0067】○ 研磨装置はCMP装置に限定されない。研磨液（スラリー液）を使用するその他の研磨装置であっても構わない。

○ 研磨廃液再利用方法および研磨廃液再利用装置が対象とする研磨廃液は、半導体ウェハの研磨廃液に限定されない。半導体製造における研磨工程で発生するあらゆる研磨廃液の再利用を目的として採用することができる。例えばパッケージの研磨に使用した研磨廃液を再生することもできる。

【0068】

【発明の効果】以上詳述したように、請求項1～40に記載の発明によれば、研磨装置で使用の終了して研磨廃液中の凝集粒子を破碎するので、研磨液に要求される粒径に粒子を復元でき、研磨廃液を再生することができ

る。よって、研磨廃液を再生して再利用でき、研磨廃液から発生するスラッジの削減と半導体製造におけるコストダウンを図ることができる。

【0069】請求項4～6、21～24及び38に記載の発明によれば、スラリー廃液を破碎処理後に濃縮することで、再利用し易い所定濃度の再生液を得ることができる。

【0070】請求項7～9、25～27及び39に記載の発明によれば、濃縮前に予めスラリー廃液の液質を調整するため、スラリー廃液の濃度がいかに変化しようとも、所望濃度の濃縮液を得ることができる。

【0071】請求項11、12、29、30及び40に記載の発明によれば、スラリー廃液の濃縮作業に使用する濃縮膜が、長期間の使用のため汚染した場合、透過液を利用した逆洗によって濃縮膜を簡単に洗浄できる。

【0072】請求項13～15及び31～33に記載の発明によれば、濃縮膜の洗浄または濾過フィルタの交換の際も、スラリー廃液の再生作業を止めることなく連続運転できる。

【0073】請求項16、34及び35に記載の発明によれば、濃縮液を研磨装置で使用する際の濃度に制御するので、最低限の濃縮度で済ませられるとともに、濃縮液をそのまま再生液として研磨装置に供給できる。

【0074】請求項17及び36に記載の発明によれば、透過液を研磨液を調製する際の希釈液に使用するので、粒子の分散性の高い研磨液を提供できる。請求項28に記載の発明によれば、濃縮膜で分離した濃縮液を粗濾過して再生液とするので、再生液を使って研磨したときに半導体ウェハなどの被研磨物を傷つけ難い。

【図面の簡単な説明】

【図1】 一実施形態の研磨廃液再生プラントの概略構成図。

【図2】 スラリー廃液再生装置の概略構成図。

【図3】 破碎装置の概略構成図。

【符号の説明】

- 1 研磨廃液再利用装置としての研磨廃液再生プラント
- 2 研磨装置
- 3 原液ドラム
- 5 スラリー供給装置
- 14 循環供給路としての循環管路
- 18 透過液供給路としての管路
- 21 破碎装置
- 22 液質調整装置
- 25 逆洗装置
- 26 濃縮液タンク
- 27 透過液タンク
- 33 ミル
- 34 攪拌手段としての攪拌器
- 35 超音波振動装置を構成する超音波振動板
- 36 加圧循環装置を構成する循環パイプ

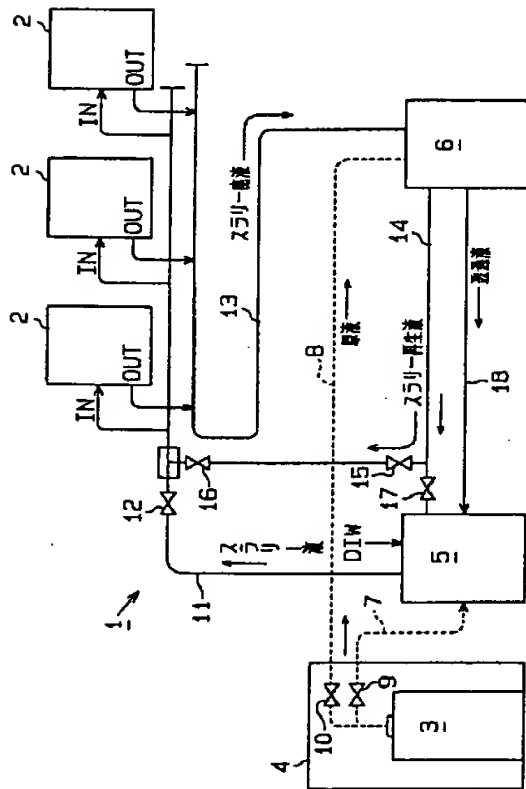
- 37 加圧循環装置を構成するとともに加圧循環ポンプとしての加圧ポンプ
 38 超音波振動装置を構成する超音波振動器
 44 液質調整装置、比重調整手段を構成する濃度比重計
 45 液質調整装置、pH調整手段を構成するpH計
 46 液質調整装置、比重調整手段を構成する比重コントローラ
 47 液質調整装置、pH調整手段を構成するpHコントローラ
 49, 50 濃縮装置、濃縮膜処理装置としての濃縮膜

ユニット

- 52 濃縮度制御手段を構成するとともに温度調整器としての熱交換器
 57 濾過装置としてのマイクロフィルタ
 63 濃縮度制御手段を構成する流量コントローラ
 64, 65 逆洗装置を構成するとともにチャンバとしての逆洗チャンバ
 71 濃縮度制御手段を構成するとともに流量検出手段としての流量計
 76, 77 ガスパージ手段としてのガスパージ装置

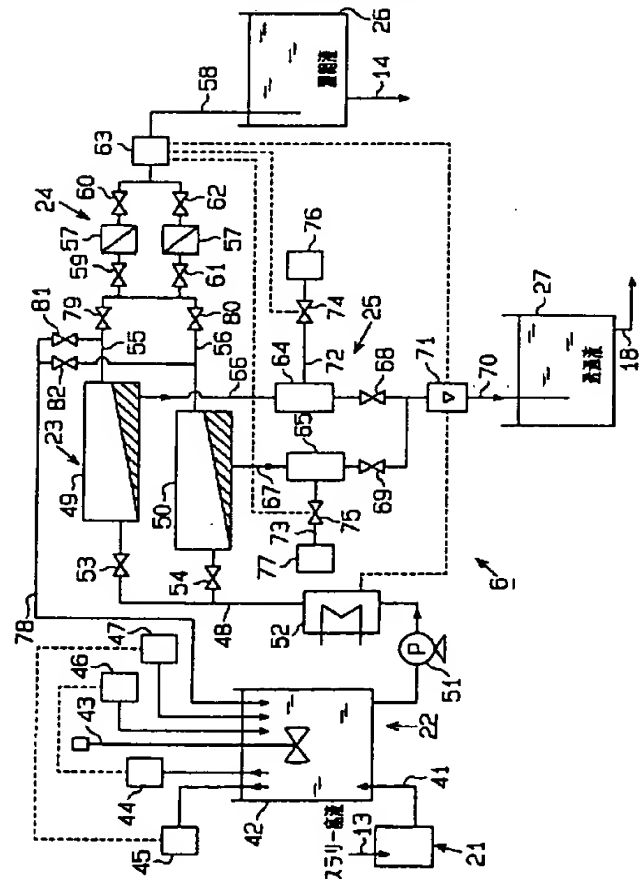
【図1】

一実施形態の研屈底液再生プラントの概略構成図



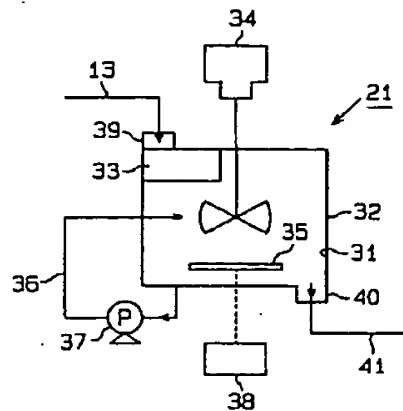
【図2】

スラリー底液再生装置の概略構成図



【図3】

破砕装置の概略構成図



フロントページの続き

(72)発明者 的場 亨
愛知県春日井市高蔵寺町二丁目1844番2
富士通ヴィエルエスアイ株式会社内

(72)発明者 福泉 正孝
愛知県春日井市高蔵寺町二丁目1844番2
富士通ヴィエルエスアイ株式会社内
Fターム(参考) 3C047 FF08 GG14 GG15 GG17